

## CLEANING METHOD OF FILTER MEMBRANE MODULE

Publication number: JP11076769

Publication date: 1999-03-23

Inventor: NAKATSUKA NOBUYUKI

Applicant: DAICEL CHEM

Classification:

- international: B01D61/18; B01D63/02; B01D65/02; B01D65/06;  
B01D71/16; C02F1/44; B01D61/18; B01D63/02;  
B01D65/00; B01D71/00; C02F1/44; (IPC1-7):  
B01D65/02; B01D61/18; B01D63/02; B01D65/02;  
B01D65/06; B01D71/16; C02F1/44

- European:

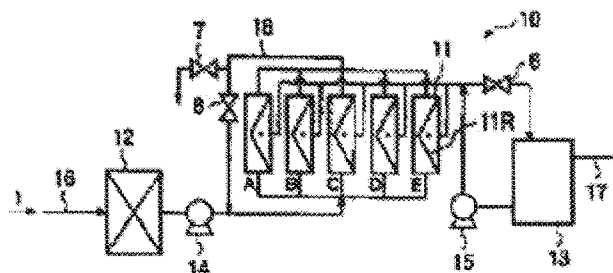
Application number: JP19970251290 19970901

Priority number(s): JP19970251290 19970901

Report a data error here

### Abstract of JP11076769

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a cleaning method of a filter membrane module capable of sufficiently removing an adsorbed material to the filter membrane, improving cleaning effect, reducing the consumption of a liquid chemical, cleaning with the liquid chemical for a short time and decreasing cleaning cost in a liquid chemical cleaning process of the filter membrane. **SOLUTION:** In the cleaning method of the filter membrane module 11 for recovering the water permeability by cleaning the filter membrane module 11 degraded in water permeability of a membrane purifying system 10 of water with the liquid chemical, at least one point of time before and after the liquid chemical is supplied to the filter membrane module 11 or at the both point of time, a gas pressurizing process for pressurizing a gas from the permeation side of the filter membrane of the filter membrane module 1 at  $\geq 20$  kPa to below the bubble point is provided for 1-5 min.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-76769

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月23日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
B 0 1 D 65/02

識別記号  
5 2 0

F I  
B 0 1 D 65/02

5 2 0

61/18

61/18

63/02

63/02

65/06

65/06

審査請求 未請求 請求項の数 6 F I (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平9-751290

(22) 出願日 平成9年(1997) 9月1日

(71) 出願人 000002901

ダイセル化学工業株式会社

大阪府堺市鉄砲町1番地

(72) 発明者 中塚 修志

兵庫県姫路市網干区新在家1239番地 ダイ

セル化学工業株式会社総合研究所内

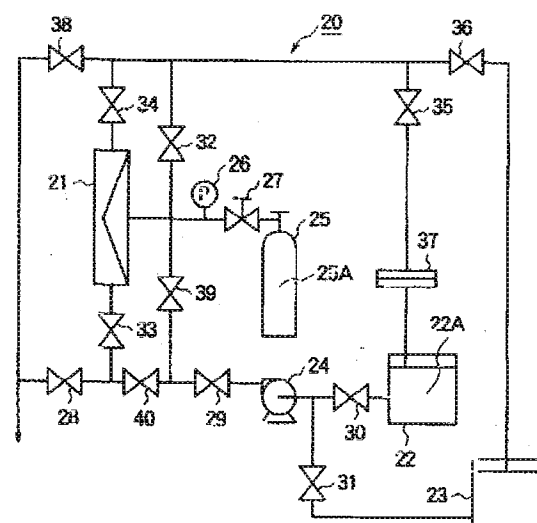
(74) 代理人 弁理士 三浦 良和

(54) 【発明の名称】 濾過膜モジュールの洗浄方法

(57) 【要約】

【課題】 濾過膜の薬液洗浄工程において、濾過膜への吸着物質の十分な除去ができ、洗浄効果を向上でき、かつ薬液の使用量を減らすとともに、短時間で薬液洗浄が行え、さらに、洗浄コストを下げることでできる濾過膜モジュールの洗浄方法を得ることを目的とする。

【解決手段】 水の膜浄化システムの透水性能が低下した濾過膜モジュールを、薬液によって洗浄して透水性能を回復させる濾過膜モジュールの洗浄方法において、薬液を濾過膜モジュールに供給する前あるいは後のいずれか一方またはその両方の時点で、気体を濾過膜モジュールの濾過膜の透過側から圧力20kPa以上バブルポイント未満で加圧する気体加圧工程を0.1～5分間設けることを特徴とするものである。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】水の膜浄化システムの透水性能が低下した滲過膜モジュールを薬液によって洗浄して透水性能を回復させる滲過膜モジュールの洗浄方法において、薬液を滲過膜モジュールに供給する前あるいは後のいずれか一方またはその両方の時点で、気体を滲過膜モジュールの滲過膜の透過側から圧力20kPa以上バブルポイント未満で加圧する気体加圧工程を0.1～5分間設けることを特徴とする滲過膜モジュールの洗浄方法。

【請求項2】水が、表流水であることを特徴とする請求項1に記載の滲過膜モジュールの洗浄方法。

【請求項3】滲過膜が、限外滲過膜であることを特徴とする請求項1または2に記載の滲過膜モジュールの洗浄方法。

【請求項4】滲過膜モジュールが、中空糸膜からなる中空糸膜モジュールであることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の滲過膜モジュールの洗浄方法。

【請求項5】滲過膜の膜材質が、酢酸セルロースであることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の滲過膜モジュールの洗浄方法。

【請求項6】薬液による洗浄が、クエン酸、界面活性剤及び次亜塩素酸ナトリウムのうちから選択される一種もしくは二種以上の組み合わせまたは1段もしくは多段に組み合わせて行うことを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の滲過膜モジュールの洗浄方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、滲過膜モジュールの洗浄方法に関し、特に、滲過膜モジュールを薬液により洗浄して透水性能を回復させる場合、短時間の洗浄で透水性能を回復させ、洗浄後も長期にわたり安定運転を可能とする滲過膜モジュールの洗浄方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、透水性能が低下した滲過膜モジュールを薬液で洗浄する方法として、例えば、透過液室の圧力と原液室の圧力を等しくした状態で薬液を循環させる滲過膜モジュールの洗浄方法が特開昭61-11108号公報に開示されている。また、特開平3-77629号公報や特開平4-161232号公報には、透過側から薬液を加圧注入する滲過膜モジュールの洗浄方法が開示されている。しかしながら、薬液のみの単独の洗浄方法では十分な洗浄効果が得られないという問題点がある。洗浄効果が不十分な場合、従来の方法では薬液の使用量を増したり、薬洗時間を延ばして洗浄効果を上げる方法がとられている。

【0003】また、透過側から気体を圧入する滲過膜モジュールの洗浄方法としては、例えば、専門誌“膜”Vol.20 No.5, p328(1995)に開示されている。これは、透過側から圧入された気体が滲過膜を瞬時に通過して目詰まり物質を取り除き、滲過流束を維持する逆洗方法で

ある。しかしながら、この気体の圧入が薬液洗浄工程における洗浄方法ではないため、酸化鉄や酸化マンガンなどの滲過膜への吸着物質は除去することができないという問題点がある。

【0004】そこで、本発明は、滲過膜の薬液洗浄工程において、滲過膜への吸着物質の十分な除去ができ、洗浄効果を向上でき、かつ薬液の使用量を減らすとともに、短時間で薬液洗浄が行え、さらに、洗浄コストを下げることでできる滲過膜モジュールの洗浄方法を提供することを目的とする。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、滲過膜モジュールの薬液洗浄工程の洗浄方法において、薬液の滲過膜モジュールへの供給と気体の滲過膜への加圧のタイミング等につき種々検討の結果、その加圧のタイミング及び気体の加圧による洗浄効果に大きな差異を見だし、且つ、滲過膜の種類、薬液の組み合わせ、薬液洗浄の順序回数等につき種々検討の結果、短時間に優れた洗浄効果が得られることを見だし、本発明を完成するに至った。

【0006】すなわち、本発明の滲過膜モジュールの洗浄方法は、水の膜浄化システムの透水性能が低下した滲過膜モジュールを薬液によって洗浄して透水性能を回復させる滲過膜モジュールの洗浄方法において、薬液を滲過膜モジュールに供給する前あるいは後のいずれか一方またはその両方の時点で、気体を滲過膜モジュールの滲過膜の透過側から圧力20kPa以上バブルポイント未満で加圧する気体加圧工程を0.1～5分間設けることを特徴とするものである。

【0007】また、本発明の滲過膜モジュールの洗浄方法は、水が、表流水であることを特徴とするものである。

【0008】また、本発明の滲過膜モジュールの洗浄方法は、滲過膜が、限外滲過膜であることを特徴とするものである。

【0009】また、本発明の滲過膜モジュールの洗浄方法は、滲過膜モジュールが、中空糸膜からなる中空糸膜モジュールであることを特徴とするものである。

【0010】また、本発明の滲過膜モジュールの洗浄方法は、滲過膜の膜材質が、酢酸セルロースであることを特徴とするものである。

【0011】また、本発明の滲過膜モジュールの洗浄方法は、薬液による洗浄（薬液洗浄とも略す）が、クエン酸、界面活性剤及び次亜塩素酸ナトリウムのうちから選択される一種もしくは二種の組み合わせまたは1段もしくは多段に組み合わせて行うことを特徴とするものである。

## 【0012】

【発明の実施の形態】本発明において、気体の加圧は薬液を滲過膜モジュールに供給する前あるいは後のいずれ

か一方またはその両方の時点で行ってよいが、薬液を供給する前あるいは両方が好ましい。亘過膜面に付着した目詰まり物質を予め物理的に除去し、その後の薬液による洗浄効果を上げる理由から、薬液を亘過膜モジュールに供給する前が最も好ましい。本発明の亘過膜モジュールの洗浄方法において、気体を亘過膜モジュールの亘過膜の透過側から導入する圧力は、20kPa以上バブルポイント未満であり、好ましくは40kPa以上150kPa以下である。ここに、気体の圧力を20kPa以上バブルポイント未満としたのは、圧力が20kPaより低いと洗浄効果が不十分であり、目的とする洗浄回復性が得られず、また、圧力がバブルポイント以上では亘過膜モジュールに物理的ダメージを与えてしまうからである。ここに、バブルポイントは亘過膜の材質、亘過膜の分画分子量または膜孔径にもよるが、例えば膜孔径0.1 $\mu$ mの酢酸セルロース膜では約300kPaである。

【0013】また、気体加压工程では、気体を膜の透過側に導入する際、気体は亘過膜を透過し原水側に押し出される必要はなく、気体が亘過膜の透過側から膜厚内部に圧入されていけばよい。このような気体による圧入を行うと、気体が亘過膜モジュール内の亘過膜全体の膜厚内部に侵入し、汚染した亘過膜の目詰まり物質を押し出すため、亘過膜モジュール内部が均一に洗浄できるという特長があるからである。通常の逆洗のように液体（薬液）を亘過膜モジュールの透過側から加压すると、液体が膜面の比較的に目詰まりのない部分を透過してしまい、目詰まり部分を透過しにくいため、目詰まり部分を洗浄することができず、亘過膜の不均一な洗浄となる。

【0014】また、気体の加压時間（気体加压工程）は、気体が亘過膜モジュール内の亘過膜の全ての透過側に実質的に加压されている時間であり、0.1～5分間が望ましいが、洗浄効果と効率を考慮すると、好ましくは0.5～2分間である。ここに気体の加压時間を0.5～5分間としたのは、0.5分未満では気体が目詰まり部分に十分に行きわたらず、目詰まり部分の洗浄の効果が十分ではない、また、5分を超えると洗浄の効果の向上は少なく、洗浄効率が低下するからである。

【0015】本発明の亘過膜モジュールの亘過膜は、特に限定されないが、精密亘過膜、限外亘過膜、ナノ亘過膜及び逆浸透膜などがある。精密亘過膜では、気体を透過側から加压すると、気体が亘過膜を通過してしまう場合があるため、均一な洗浄が困難となる。また、ナノ亘過膜や逆浸透膜では、亘過膜の膜孔径が小さすぎて気体が亘過膜の孔内部に侵入できない場合があり、十分な洗浄効果が得られなくなる。従って、本発明の亘過膜としては、限外亘過膜が好ましい。ここで限外亘過膜とは、分画分子量が $10^3 \sim 10^6$ であり、膜孔径が1～100nmの亘過膜をいう。

【0016】本発明の亘過膜モジュールの膜材質として

は、ポリエーテルスルホン、ポリアクリロニトリル共重合体及び酢酸セルロースなどの高分子があるが、酢酸セルロースが特に好ましい。

【0017】本発明の亘過膜モジュールの膜形態としては、プレート・アンド・フレーム型、ブリーツ型、スパイラル型、チューブラー（管状）型及び中空糸型があるが、中空糸型が好ましい。また、中空糸膜モジュールを用いる場合には、中空糸膜の内側に原水を入らせる内圧方式が好ましい。

【0018】本発明において、薬液洗浄を一種もしくは二種以上の組み合わせで行う例として、クエン酸と界面活性剤を組み合わせた「組み合わせ薬液」を用いることができる。また1段または多段に組み合わせるとは、1段の場合は上記の薬液による洗浄を一度だけ行うことを意味し、多段の場合は薬液による洗浄を数回行うことを意味する。クエン酸と界面活性剤を用いて亘過膜モジュールを多段で洗浄する場合の形態としては、①クエン酸で洗浄し、つぎに界面活性剤で洗浄する例、②両者の組み合わせ薬液で数回洗浄する例、など種々の組み合わせがある。これらの洗浄の間または前後に気体加压工程を適宜入れてもよいのは勿論である。薬液洗浄時の薬液は、亘過膜の原水側を循環させてもよいし、原水側から透過側に循環させてもよい。さらに、亘過膜の透過側から原水側に流すようにしてもよい。

【0019】

【実施例】以下、本発明の実施例を図面に基づき説明するが、本発明は、以下の実施例に限定されるものではない。図1は本発明の亘過膜モジュールの洗浄方法を実施するための亘過膜モジュール11A～Eを用いた膜浄化システムである亘過運転装置10の概略図であり、流量計や圧力計などの付属設備は省略している。図1において、11は亘過膜モジュールであり、5本の組み合わせで、それぞれ亘過膜モジュール11A、11B、11C、11D、11E（代表として11で示す）とする。亘過膜モジュール11は、亘過膜11Rの膜材質が酢酸セルロースで、中空糸膜からなる中空糸膜モジュールを表したものであり、各中空糸膜モジュールは内径0.8mm、外径1.3mmの中空糸からなり、一つのモジュールの膜面積は0.5 $m^2$ である。12はプレフィルターであり、プレフィルター12は亘過膜モジュール11に供給する水である表流水中の異物を除去する。13は透過水タンクであり、透過水タンク13は亘過膜モジュール11からの透過水を一時貯蔵する。14、15はポンプである。6、7、8は、開閉弁である。

【0020】亘過運転時には、開閉弁7は閉じ、開閉弁6、8は開いている。表流水である河川原水1は、取水パイプ16から供給され、プレフィルター12で異物が除去され、ポンプ14で5本の亘過膜モジュール11A～11Eのそれぞれに供給される。亘過膜モジュール11では、河川原水は中空糸亘過膜11Rの内側に供給さ

れ、内圧クロスフローろ過された透過水は開閉弁6を通じて集水され、透過水タンク13に一時貯蔵され、浄化水としてパイプ17から送り出される。ろ過されなかった原水は循環パイプ18を介して開閉弁8を通り、循環するようになされている。ろ過膜モジュール11のろ過は、クロスフロー線速 $0.2\text{ m/s}$ で、設定ろ過流速 $1.5\text{ m}^3/\text{日}$ の定流量ろ過である。また、運転は、45分おきに1回の割合で、透過水をろ過膜モジュールの透過側から1分間流す逆洗工程を設け、水回収率を90%とされている。逆洗運転時には、開閉弁7は開き、開閉弁6、8は閉じ、ポンプ14は停止している。そして透過水の一部をポンプ15を介して通常運転とは逆向きにろ過膜モジュール11の透過側に供給する逆洗を定期的に実施できる様になっている。

【0021】(実施例1)図2は本発明の実施例1を示す図であり、20は本発明のろ過膜モジュールの洗浄方法を実施するためのろ過膜モジュールの薬液洗浄装置である。まず、図2に示す薬液洗浄装置20の構成につき説明する。21はろ過膜モジュール、22はろ過膜モジュールを薬液洗浄するための薬液22Aを貯蔵した薬液槽、23は純水を貯蔵した純水槽、24はポンプ、25は気体である圧縮空気25Aを貯蔵した空気圧ボンベ、26は圧力ゲージ、27は圧力調節弁、28、29、30、31、32、33、34、35、36、38、39および40は開閉弁、37はフィルターである。薬液洗浄装置20において、開閉弁32および39を閉じた状態で、空気圧ボンベ25のバルブを開き、圧力調節弁27を調節することにより、空気25Aをろ過膜モジュール21の透過側に所定の圧力で圧入できるようになされている。また、開閉弁29、30、33、34、35および40を開、開閉弁28、31、32、36、38および39を閉として、ポンプ24を駆動させることにより、薬液槽22内の薬液22Aを循環させて、ろ過膜モジュール21を薬液洗浄することが可能である。循環洗浄後、さらに開閉弁28を開として、薬液22Aを排出した後、開閉弁31、29、33、34、36、32および40を開に、開閉弁30、28、35、38および39を閉にしてポンプ24を稼働させて、回復率を求めるための純水透過流速を測定できるようになされている。

【0022】本実施例では、まず、図1におけるろ過運転装置10において、ろ過膜モジュール11に、純水透過流速が $8.4\text{ m}^3/\text{日}$ の純水透水能力を有するろ過膜モジュール11A～Eの5本を取り付けた。そして、河川下流の河川原水(表流水)1をろ過運転装置の取水パイプ16から取水し、ろ過運転を開始した。ろ過運転は、中空糸膜の内側に原水を供給する内圧クロスフローろ過(クロスフロー線速 $0.2\text{ m/s}$ )であり、設定ろ過流速 $1.5\text{ m}^3/\text{日}$ の定流量ろ過で実施した。また、運転は、45分おきに1回、透過水をろ過膜モジュールの透

過側から1分間流す逆洗工程を設け、水回収率を90%とした。この定流量ろ過運転では、ろ過膜が原水中の異物により汚れ、目詰まりするとともに、ろ過圧力が徐々に増加し、運転開始から約8ヶ月後に5本のろ過膜モジュールがともにろ過圧力が $100\text{ kPa}$ に達して運転の継続が行えなくなった。これらの5本のろ過膜モジュール11A～11Eをろ過運転装置10から取り外し、図2に示す薬液洗浄装置20のろ過膜モジュール21に代えて順に取り付け、ろ過膜モジュール11に純水を $100\text{ kPa}$ 加圧で透過し、純水透過流速を測定したところ、いずれも $1.3\sim 1.8\text{ m}^3/\text{日}$ であり、運転前の純水透過流速 $8.4\text{ m}^3/\text{日}$ から著しく透水性能が低下した。

【0023】次いで、上記運転後のろ過膜モジュール11の洗浄を行った。まず、運転後のろ過膜モジュール11A(純水透過流速 $1.5\text{ m}^3/\text{日}$ )を、図2に示す薬液洗浄装置20のろ過膜モジュール21の代わりに取り付け、開閉弁32および39を閉の状態では空気圧ボンベ25から圧力調節弁27によって空気圧 $50\text{ kPa}$ に調節した空気25Aをろ過膜モジュール21の透過側に1分間圧入した。すなわち、気体加圧工程を設けた。次いで、薬液洗浄のため、開閉弁29、30、33、34、35および40を開、開閉弁28、31、32、36、38および39を閉として、ポンプ24を駆動させて、薬液タンク24中のクエン酸水溶液(1wt%)を膜面での平均線速が $0.5\text{ m/s}$ となるように30分間循環させて、ろ過膜モジュールを薬液洗浄した後、開閉弁28を開とし、薬液を排出した。その後、前記と同様に、ろ過膜モジュール11Aの純水透過流速を測定したところ、 $8.3\text{ m}^3/\text{日}$ であり、ほぼ運転前の透過流速にまで回復するという優れた洗浄効果を得ることができた。

【0024】(実施例2)実施例2においては、実施例1におけるろ過運転装置10を用い、定流量ろ過運転により透水性能が低下したろ過膜モジュール11B(純水透過流速 $1.8\text{ m}^3/\text{日}$ )を、図2に示す薬液洗浄装置20のろ過膜モジュール21の代わりに取り付けた。そしてろ過膜モジュール11Bの透過側に空気を圧入する前に、クエン酸水溶液(1wt%)を10分間循環させて洗浄した後、透過側に $100\text{ kPa}$ の空気25Aを圧入して、ろ過膜モジュール11Bの透過側を1分間空気25Aに接触させる(すなわち、気体加圧工程)と同時に薬液22Aを排出した。そして、再びクエン酸水溶液(1wt%)を10分間循環させてろ過膜モジュール11Bを洗浄し、再び薬液を排出した。すなわち、一種類の薬液を気体加圧工程の前後に2段に組み合わせて洗浄した。その後ろ過膜モジュール11Bの純水透過流速を測定したところ、 $8.0\text{ m}^3/\text{日}$ であり、薬洗時間が約20分間と比較的短い時間で運転前の透過流速の95%まで回復するという優れた洗浄効果を得ることができた。

【0025】（実施例3）実施例3においては、実施例1における滲過運転装置10を用い、定流量滲過運転により透水性能が低下した滲過膜モジュール11C（純水透過流束1.6m<sup>3</sup>/日）を、図2に示す薬液洗浄装置20の滲過膜モジュール21の代わりに取り付けた。そして開閉弁32および39を閉の状態滲過膜モジュール11Cの透過側から空気圧50kPaの空気25Aを圧入して滲過膜11Rの透過側に1分間空気で接触させた（すなわち、気体加圧工程）後、開閉弁28、29、30、33、34、38および39を開、開閉弁27、31、32、35、36および40を閉として、ポンプ24を駆動させ、薬液槽22中の界面活性剤（ウルトラジル#53、ヘンケル白水社製）の1wt%水溶液を滲過膜モジュール11Cの透過側から圧力100kPaで1分間圧入透過した。そして、薬液を排出した。その後、滲過膜モジュール11Cの純水透過流束を測定したところ、7.6m<sup>3</sup>/日であり、運転前の透過流束の約90%まで回復するという優れた洗浄効果を得ることができた。

【0026】（比較例1）比較例1においては、実施例1における滲過運転装置10を用い、定流量滲過運転により透水性能が低下した滲過膜モジュール11D（純水透過流束1.3m<sup>3</sup>/日）を、図2に示す薬液洗浄装置20の滲過膜モジュール21の代わりに取り付けた。そして滲過膜モジュール11Dの透過側に空気を圧入せずに、薬液としてクエン酸水溶液（1wt%）を実施例1と同様に30分間循環させて滲過膜モジュール11Dの洗浄を行った後、薬液を排出した。その後、滲過膜モジュール11Dの純水透過流束を測定したところ、5.6m<sup>3</sup>/日であり、薬洗時間を約30分間要したが、運転前の透過流束の65%と洗浄回復性は著しく低かった。

【0027】（比較例2）運転により透水性能が低下し

た滲過膜モジュール11E（純水透過流束1.6m<sup>3</sup>/日）を、図2に示す薬液洗浄装置20の滲過膜モジュール21の代わりに取り付けた。そして、滲過膜モジュール11Eの透過側に空気を圧入せずに、実施例3と同様に、薬液槽22中の界面活性剤（ウルトラジル#53、ヘンケル白水社製）の1wt%水溶液を滲過膜モジュール11Eの透過側から圧力100kPaで1分間圧入透過して洗浄を行った。そして薬液を排出した。その後、純水透過流束を測定したところ、4.3m<sup>3</sup>/日であり、運転前の透過流束の51%と洗浄回復性は著しく低かった。

【0028】

【発明の効果】以上、説明したように、本発明によれば、滲過膜モジュールの薬液洗浄工程に気体加圧工程を適宜に設けることにより、滲過膜モジュールの洗浄効果を著しく向上することができ、薬液の使用量を減らせるとともに、短時間で薬液洗浄が行えることによって、洗浄コストを大幅に下げることができる。

【図面の簡単な説明】

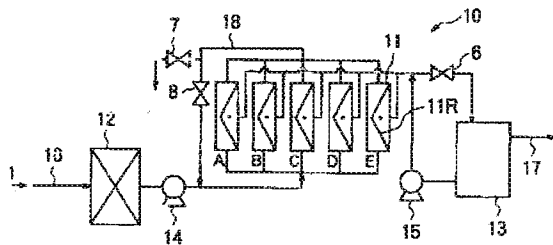
【図1】本発明の滲過膜モジュールの洗浄方法を実施するための滲過膜モジュールを用いた滲過運転装置の概略図

【図2】本発明の滲過膜モジュールの洗浄方法を実施するための滲過膜モジュールの薬液洗浄装置の概略図

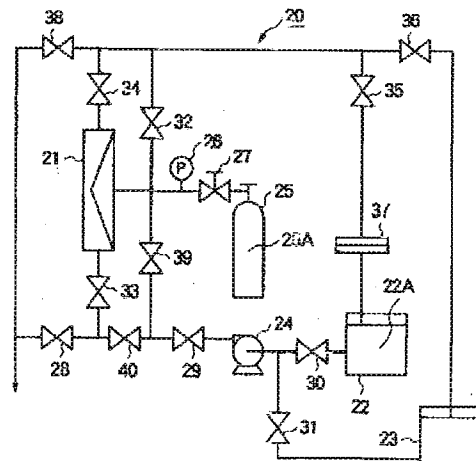
【符号の説明】

- 1 河川原水、表流水（水）
- 10 滲過運転装置（膜浄化システム）
- 11 滲過膜モジュール（中空糸膜モジュール）
- 11R 滲過膜（中空糸膜）
- 22A 薬液
- 25A 空気（気体）

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

B 0 1 D 71/16

B 0 1 D 71/16

C 0 2 F 1/44

C 0 2 F 1/44

H

\* NOTICES \*

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]When a drug solution washes a filter membrane module and it recovers water penetration performance about the cleaning method of a filter membrane module, especially this invention recovers water penetration performance by short-time washing, and relates to the cleaning method of the filter membrane module in which after washing makes stable operation possible over a long period of time.

[0002]

[Description of the Prior Art]Conventionally, the cleaning method of the filter membrane module made to circulate through a drug solution where the pressure of a permeate liquid room and the pressure of an undiluted solution room are made equal is indicated by JP,61-11108,A, for example as a method of washing the filter membrane module in which the water penetration performance fell with a drug solution. The cleaning method of the filter membrane module which carries out pressurized injection of the drug solution from the penetration side is indicated by JP,3-77629,A and JP,4-161232,A. However, there is a problem that cleaning effect sufficient in the independent cleaning method of only a drug solution is not acquired. When a cleaning effect is insufficient, the method of increasing the amount of the drug solution used, or extending medical-fluid-washing time and raising a cleaning effect by the conventional method is taken.

[0003]As a cleaning method of the filter membrane module which presses a gas fit from the penetration side, it is a technical magazine, for example. It is indicated by "film" Vol.20 No.5 and p328 (1995). This is a back washing method which the gas pressed fit from the penetration side passes a filtration membrane in an instant, removes a blinding substance, and maintains filtration flux. However, since press fit of this gas is not a cleaning method in a chemical washing process, the adsorbate to filtration membranes, such as iron oxide and

manganese oxide, has the problem of being unremovable.

[0004]Then, while this invention can perform sufficient removal of the adsorbate to a filtration membrane, and can improve a cleaning effect in the chemical washing process of a filtration membrane and reducing the amount of the drug solution used, Chemical washing can be performed in a short time, and it aims at providing further the cleaning method of the filter membrane module which can lower cleaning cost.

[0005]

[Means for Solving the Problem]In a cleaning method of a chemical washing process of a filter membrane module, this invention persons, Take lessons from timing of application of pressure to supply to a filter membrane module of a drug solution, and a gaseous filtration membrane, etc., and variously A result of examination, A big difference is found out to a cleaning effect by timing of the application of pressure, and gaseous application of pressure, and it finds out that a cleaning effect which took lessons from a kind of filtration membrane, combination of a drug solution, the number of times of an order of chemical washing, etc., and excelled for a short time variously as a result of examination is acquired, and came to complete this invention.

[0006]Namely, a cleaning method of a filter membrane module of this invention, In a cleaning method of a filter membrane module which washes a filter membrane module in which the water penetration performance of a film purifying system of water fell with a drug solution, and recovers water penetration performance, Before supplying a drug solution to a filter membrane module, at the time of either of the back, or its both, a gas pressurizing process which pressurizes a gas from the penetration side of a filtration membrane of a filter membrane module with less than 20 or more kPa of pressure bubble point is established for 0.1 to 5 minutes.

[0007]A cleaning method of a filter membrane module of this invention is characterized by water being surface water.

[0008]A cleaning method of a filter membrane module of this invention is characterized by a filtration membrane being ultrafiltration membrane.

[0009]A cleaning method of a filter membrane module of this invention is characterized by a filter membrane module being a hollow fiber module which consists of hollow fibers.

[0010]A cleaning method of a filter membrane module of this invention is characterized by the quality of a film material of a filtration membrane being cellulose acetate.

[0011]moreover -- washing (it abbreviates also to chemical washing) by a drug solution constructs a cleaning method of a filter membrane module of this invention to a kind or two sorts of combination, one step, or multistage chosen from among citrate, a surface-active agent, and sodium hypochlorite -- \*\*\*\*\* -- it is characterized by things.

[0012]

[Embodiment of the Invention]In this invention, before gaseous application of pressure supplies

a drug solution to a filter membrane module, it may be performed at the time of either of the back, or its both, but both are preferred, before supplying a drug solution. Since the blinding substance adhering to a filtration membrane side is removed physically beforehand and the cleaning effect by a subsequent drug solution is raised, it is the most desirable before supplying a drug solution to a filter membrane module. In the cleaning method of the filter membrane module of this invention, the pressure which introduces a gas from the penetration side of the filtration membrane of a filter membrane module is less than a 20 or more kPa bubble point, and is 150 or less kPa of 40 or more kPa preferably. It is because that less than a 20 or more kPa bubble point carried out the gaseous pressure has a cleaning effect insufficient for it if a pressure is lower than 20kPa here, the washing recoverability made into the purpose will not be acquired and a pressure will give a physical damage to a filter membrane module above a bubble point. Although a bubble point is based also on the cut off molecular weight or the diameter of a pit of the construction material of a filtration membrane, and a filtration membrane here, for example in a cellulose acetate film with a diameter of a pit of 0.1 micrometer, they are about 300 kPa(s).

[0013]In the gas pressurizing process, when introducing a gas into the membranous penetration side, a gas penetrates a filtration membrane, and does not need to be extruded at the raw water side, and the gas should just be pressed fit in the inside of thickness from the penetration side of a filtration membrane. It is because a gas will invade into the inside of the thickness of the whole filtration membrane in a filter membrane module, and will extrude the blinding substance of the polluted filtration membrane, if press fit with such a gas is performed, so there is the feature that the inside of a filter membrane module can wash uniformly. Since a fluid penetrates the portion which does not have blinding like comparison of a film surface and cannot penetrate a blinding portion easily if a fluid (drug solution) is pressurized from the penetration side of a filter membrane module like the usual back wash, a blinding portion cannot be washed but it becomes uneven washing of a filtration membrane.

[0014]A gas is the time currently pressurized substantially at all the penetration side of the filtration membrane in a filter membrane module, and although for 0.1 to 5 minutes is desirable as for gaseous application-of-pressure time (gas pressurizing process), when a cleaning effect and efficiency are taken into consideration, it is for 0.5 to 2 minutes preferably. it is because there will be little improvement in the effect of washing and washing efficiency will fall, if a gas does not fully spread round a blinding portion in less than 0.5 minute, but the effect of washing of a blinding portion is not enough and it exceeds 5 minutes having carried out gaseous application-of-pressure time here for 0.5 to 5 minutes.

[0015]Although the filtration membrane in particular of the filter membrane module of this invention is not limited, there are a micro filter, ultrafiltration membrane, a nano filtration film, a reverse osmotic membrane, etc. In a micro filter, since a gas may pass a filtration membrane if

a gas is pressurized from the penetration side, uniform washing becomes difficult. In a nano filtration film or a reverse osmotic membrane, the diameter of a pit of a filtration membrane is too small for a gas to invade into the inside of the hole of a filtration membrane, and sufficient cleaning effect is no longer acquired. Therefore, as a filtration membrane of this invention, ultrafiltration membrane is preferred. Cuts off molecular weight are  $10^3 - 10^6$ , and ultrafiltration membrane means here the filtration membrane whose diameter of a pit is 1-100 nm.

[0016]As the quality of a film material of the filter membrane module of this invention, although there are polymers, such as polyether sulphone, a polyacrylonitrile copolymer, and cellulose acetate, especially cellulose acetate is preferred.

[0017]As a film gestalt of the filter membrane module of this invention, although there are a plate and frame type, a pleated type, a spiral type, a tubular (tubular) type, and a hollow filament type, a hollow filament type is preferred. When using a hollow fiber module, the internal pressure method which makes raw water flow inside a hollow fiber is preferred.

[0018]In this invention, it can mention using the "combination drug solution" which combined citrate and a surface-active agent for chemical washing as a kind or two sorts or more of examples for performing in combination. Combining with one step or multistage means performing washing by the above-mentioned drug solution only once in the case of one step, and, in the case of multistage, it means performing washing by a drug solution several times. There is various combination, such as an example which is washed by \*\* citrate and then is washed with a surface-active agent as a gestalt in the case of washing a filter membrane module in multistage using citrate and a surface-active agent, and an example washed several times with \*\* both combination drug solution. Of course, a gas pressurizing process may be suitably put among these washing or into order. The drug solution at the time of chemical washing may circulate the raw water side of a filtration membrane, and may be circulated from the raw water side to the penetration side. It may be made to pass from the penetration side of a filtration membrane to the raw water side.

[0019]

[Example]Hereafter, although the example of this invention is described based on a drawing, this invention is not limited to the following examples. Drawing 1 is a schematic diagram of the filtration driving device 10 which is a film purifying system using filter membrane module 11 A-E for enforcing the cleaning method of the filter membrane module of this invention, and attached structure, such as a flow instrument and a pressure gauge, is omitted. In drawing 1, 11 is a filter membrane module, is five combination, and is taken as the filter membrane modules 11A, 11B, 11C, 11D, and 11E (11 shows as a representative), respectively. The filter membrane module 11 expresses the hollow fiber module which the quality of a film material of the filtration membrane 11R is cellulose acetate, and consists of hollow fibers, each hollow

fiber module consists of a with 0.8 mm in inside diameter, and an outer diameter of 1.3 mm hollow filament, and the membrane area of one module is 0.5-m<sup>2</sup>. 12 is a pre-filter and the pre-filter 12 removes the foreign matter in the surface water which is water supplied to the filter membrane module 11. 13 is a permeated water tank and the permeated water tank 13 carries out temporary storage of the permeated water from the filter membrane module 11. 14 and 15 are pumps. 6, 7, and 8 are opening and closing valves.

[0020]At the time of filtration operation, the opening and closing valve 7 is closed and is opening the opening and closing valves 6 and 8. The river raw water 1 which is surface water is supplied from the water intake pipes 16, and a foreign matter is removed by the pre-filter 12 and it is supplied to each of the five filter membrane modules 11A-11E with the pump 14. In the filter membrane module 11, river raw water is supplied inside the hollow filament filtration membrane 11R, water is caught through the opening and closing valve 6, and temporary storage of the permeated water by which internal pressure cross flow filtration was carried out is carried out to the permeated water tank 13, and it is sent out from the pipe 17 as purification water. The raw water which was not filtered is made as [ circulate / via the circulation pipe 18 / through the opening and closing valve 8 / pass along and ]. Filtration of the filter membrane module 11 is cross-flow linear velocity 0.2 m/s, and is the amount filtration of steady flow of 1.5 m/day of setting-out filtration flux. Every 45 minutes, operation is 1 time of a rate, it establishes the reverse washing process which pours permeated water for 1 minute from the penetration side of a filter membrane module, and water recovery is made into 90%. At the time of back wash operation, the opening and closing valve 7 was opened, the opening and closing valves 6 and 8 were closed, and the pump 14 has stopped them. And the back wash which usually supplies some permeated water for reverse at the penetration side of the filter membrane module 11 via the pump 15 with operation can be periodically carried out now.

[0021](Example 1) Drawing 2 is a figure showing Example 1 of this invention, and 20 is a chemical washing device of the filter membrane module for enforcing the cleaning method of the filter membrane module of this invention. First, it explains per composition of the chemical washing device 20 shown in drawing 2. The liquid chemical tub which stored the drug solution 22A for 21 to carry out a filter membrane module and for 22 carry out chemical washing of the filter membrane module, As for a pressure gauge and 27, an opening and closing valve and 37 are filters a pressure regulating valve, and 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 38, 39 and 40 the pure water tub which stored pure water 23, a pump and the pneumatic pressure cylinder for which 25 stored the compressed air 25A which is a gas 24, and 26. In the chemical washing device 20, it is made as [ press / in the penetration side of the filter membrane module 21 / by a predetermined pressure / the air 25A ] by opening the valve of the pneumatic pressure cylinder 25 and adjusting the pressure regulating valve 27, where the opening and closing valves 32 and 39 are closed. It is possible by making open the opening and closing valves 29,

30, 33, 34, 35, and 40, and making the pump 24 drive by making close the opening and closing valves 28, 31, 32, 36, 38, and 39 to circulate the drug solution 22A in the liquid chemical tub 22, and to carry out chemical washing of the filter membrane module 21. After discharging the drug solution 22A by making the opening and closing valve 28 open further after circulation washing, The opening and closing valves 31, 29, 33, 34, 36, 32, and 40 are made open, the opening and closing valves 30, 28, 35, 38, and 39 are made close, the pump 24 is worked, and it is made as [ measure / the pure water penetration flux for searching for a recovery factor ].

[0022]In this example, pure water penetration flux first attached to the filter membrane module 11 five of filter membrane module 11 A-E which has 8.4 m/day pure water water penetration capability in the filtration driving device 10 in drawing 1. And water was taken in from the water intake pipes 16 of the filtration driving device in the river raw water (surface water) 1 of the river lower stream, and filtration operation was started. Filtration operation is internal pressure cross flow filtration (cross-flow linear velocity 0.2 m/s) which supplies raw water inside a hollow fiber.

It carried out by the amount filtration of steady flow of 1.5 m/day of setting-out filtration flux. Operation established once the reverse washing process which pours permeated water for 1 minute from the penetration side of a filter membrane module every 45 minutes, and made water recovery 90%. While a filtration membrane becomes dirty with the foreign matter in raw water and getting it clogged with this amount filtration operation of steady flow, filtration pressure increases gradually, and both five filter membrane modules reached 100kPa about eight months after the start up, and it became impossible for filtration pressure to continue operation. These five filter membrane modules 11A-11E are removed from the filtration driving device 10, Replace with the filter membrane module 21 of the chemical washing device 20 shown in drawing 2, and it attaches in order, When pure water was penetrated by 100kPa application of pressure to the filter membrane module 11 and pure water penetration flux was measured, all are 1.3-1.8 m/day, and the water penetration performance fell remarkably from the 8.4 m/day pure water penetration flux before operation.

[0023]Subsequently, the filter membrane module 11 after the above-mentioned operation was washed. First, the filter membrane module 11A (1.5 m/day pure water penetration flux) after operation, It attached instead of the filter membrane module 21 of the chemical washing device 20 shown in drawing 2, and the air 25A which adjusted the opening and closing valves 32 and 39 from the pneumatic pressure cylinder 25 to pneumatic pressure 50kPa by the pressure regulating valve 27 in the state of close was pressed fit in the penetration side of the filter membrane module 21 for 1 minute. That is, the gas pressurizing process was established. Subsequently, the opening and closing valves 28, 31, 32, 36, 38, and 39 are made close by making open the opening and closing valves 29, 30, 33, 34, 35, and 40 for chemical washing,

After having made the pump 24 drive, having circulated the aqueous-citric-acid solution (1wt%) in the chemical tank 24 for 30 minutes so that the average linear velocity in a film surface might serve as 0.5 m/s, and carrying out chemical washing of the filter membrane module, the opening and closing valve 28 was made open, and the drug solution was discharged. Then, like the above, when the pure water penetration flux of the filter membrane module 11A was measured, it is 8.3 m/day and the outstanding cleaning effect of recovering even to the penetration flux before operation mostly was able to be acquired.

[0024](Example 2) In Example 2, the filter membrane module 11B (1.8 m/day pure water penetration flux) to which the water penetration performance fell by the amount filtration operation of steady flow was attached instead of the filter membrane module 21 of the chemical washing device 20 shown in drawing 2 using the filtration driving device 10 in Example 1. And before pressing air fit in the penetration side of the filter membrane module 11B, after circulating an aqueous-citric-acid solution (1wt%) for 10 minutes and washing it, the air 25A of 100kPa is pressed fit in the penetration side, the penetration side of the filter membrane module 11B was contacted on interspace mind 25A for 1 minute (namely, gas pressurizing process), simultaneously the drug solution 22A was discharged. And the aqueous-citric-acid solution (1wt%) was again circulated for 10 minutes, the filter membrane module 11B was washed, and the drug solution was discharged again. That is, it washed combining one kind of drug solution to two steps before and behind the gas pressurizing process. When the pure water penetration flux of the filter membrane module 11B was measured after that, it is 8.0 m/day and the outstanding cleaning effect that medical-fluid-washing time was recovered to 95% of the penetration flux before operation in comparatively short time for about 20 minutes was able to be acquired.

[0025](Example 3) In Example 3, the filter membrane module 11C (1.6 m/day pure water penetration flux) to which the water penetration performance fell by the amount filtration operation of steady flow was attached instead of the filter membrane module 21 of the chemical washing device 20 shown in drawing 2 using the filtration driving device 10 in Example 1. And the air 25A of pneumatic pressure 50kPa was pressed fit from the penetration side of the filter membrane module 11C in the state of close, and the opening and closing valves 32 and 39 were contacted to the penetration side of the filtration membrane 11R by interspace mind for 1 minute (.). Namely, the opening and closing valves 27, 31, 32, 35, 36, and 40 are made close after a gas pressurizing process by making open the opening and closing valves 28, 29, 30, 33, 34, 38, and 39, The pump 24 was made to drive and the press fit penetration of the 1wt% solution of the surface-active agent (URUTORAJIRU#53, the Henkel KGaA Hakusui-Sha make) in the liquid chemical tub 22 was carried out for 1 minute by pressure 100kPa from the penetration side of the filter membrane module 11C. And the drug solution was discharged. Then, when the pure water penetration flux of the filter membrane

module 11C was measured, it is 7.6 m/day and the outstanding cleaning effect of recovering to about 90% of the penetration flux before operation was able to be acquired.

[0026](Comparative example 1) In the comparative example 1, the filter membrane module 11D (1.3 m/day pure water penetration flux) to which the water penetration performance fell by the amount filtration operation of steady flow was attached instead of the filter membrane module 21 of the chemical washing device 20 shown in drawing 2 using the filtration driving device 10 in Example 1. And the drug solution was discharged, after circulating the aqueous-citric-acid solution (1wt%) for 30 minutes like Example 1 as a drug solution and washing the filter membrane module 11D, without pressing air fit in the penetration side of the filter membrane module 11D. Then, when the pure water penetration flux of the filter membrane module 11D was measured, it is 5.6 m/day and medical-fluid-washing time was required for about 30 minutes, but 65% and washing recoverability of the penetration flux before operation were remarkably low.

[0027](Comparative example 2) The filter membrane module 11E (1.6 m/day pure water penetration flux) to which the water penetration performance fell by operation was attached instead of the filter membrane module 21 of the chemical washing device 20 shown in drawing 2. And it washed like Example 3 by carrying out the press fit penetration of the 1wt% solution of the surface-active agent (URUTORAJIRU#53, the Henkel KGaA Hakusui-Sha make) in the liquid chemical tub 22 for 1 minute by pressure 100kPa from the penetration side of the filter membrane module 11E, without pressing air fit in the penetration side of the filter membrane module 11E. And the drug solution was discharged. Then, when pure water penetration flux was measured, it was 4.3 m/day and 51% and washing recoverability of the penetration flux before operation were remarkably low.

[0028]

[Effect of the Invention]As mentioned above, as explained, in this invention, a gas pressurizing process is suitably provided in the chemical washing process of a filter membrane module. Therefore, while being able to act as Kougami of the cleaning effect of a filter membrane module remarkably and being able to reduce the amount of the drug solution used, cleaning cost can be substantially lowered by the ability to perform chemical washing in a short time.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]The schematic diagram of the filtration driving device using the filter membrane module for enforcing the cleaning method of the filter membrane module of this invention

[Drawing 2]The schematic diagram of the chemical washing device of the filter membrane module for enforcing the cleaning method of the filter membrane module of this invention

[Description of Notations]

- 1 River raw water, surface water (water)
- 10 Filtration driving device (film purifying system)
- 11 Filter membrane module (hollow fiber module)
- 11R filtration membrane (hollow fiber)
- 22A Drug solution
- 25A Air (gas)

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

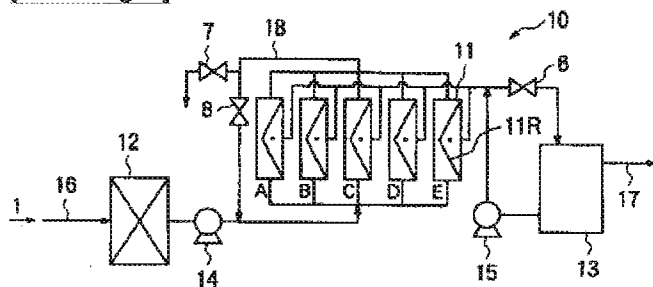
- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

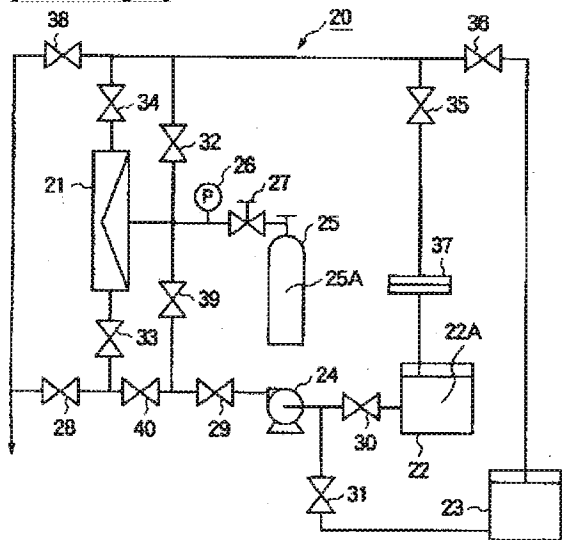
DRAWINGS

---

[Drawing 1]



[Drawing 2]



---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1]In a cleaning method of a filter membrane module which washes a filter membrane module in which the water penetration performance of a film purifying system of water fell with a drug solution, and recovers water penetration performance, A cleaning method of a filter membrane module characterized by establishing a gas pressurizing process which pressurizes a gas from the penetration side of a filtration membrane of a filter membrane module with less than 20 or more kPa of pressure bubble point for 0.1 to 5 minutes at the time of either of the back, or its both before supplying a drug solution to a filter membrane module.

[Claim 2]A cleaning method of the filter membrane module according to claim 1, wherein water is surface water.

[Claim 3]A cleaning method of the filter membrane module according to claim 1 or 2, wherein a filtration membrane is ultrafiltration membrane.

[Claim 4]A cleaning method of a filter membrane module given in any 1 paragraph of claims 1-3, wherein a filter membrane module is a hollow fiber module which consists of hollow fibers.

[Claim 5]A cleaning method of a filter membrane module given in any 1 paragraph of claims 1-4, wherein the quality of a film material of a filtration membrane is cellulose acetate.

[Claim 6]washing by a drug solution constructs to a kind or two sorts or more of combination, one step, or multistage chosen from among citrate, a surface-active agent, and sodium hypochlorite -- \*\*\*\*\* -- a cleaning method of a filter membrane module given in any 1 paragraph of claims 1-5 characterized by things.

---

[Translation done.]